



# राजपत्र, हिमाचल प्रदेश

## (असाधारण)

हिमाचल प्रदेश राज्यशासन द्वारा प्रकाशित

शिमला, बुधवार, 24 जून, 1987/३ आषाढ़, 1909

हिमाचल प्रदेश सरकार

AGRICULTURE DEPARTMENT

NOTIFICATION

Shimla-2, the 12th January, 1987

No. Agr. F(7)-2/86.—The Government of India, Ministry of Agriculture (Department of Agriculture and Co-operation's notification G.S.R. No. 1160-E) dated 21st October, 1986, published in the Gazette of India (Extra-ordinary), Part-II, section 3, sub-section (i) is hereby re-published along with Hindi version for general information.

By order,  
P. S. RANA,  
Commissioner-cum-Secretary.

भारत सरकार

कृषि मंत्रालय

(कृषि और सहकारिता विभाग)

आदेश

नई दिल्ली, 21 अक्टूबर, 1986

सा 0 का 0 नि 0 1160(अ).—केन्द्रीय सरकार, आवश्यक वस्तु अधिनियम, 1955 (1955 का 10) की धारा 3 द्वारा प्रदत्त शक्तियों का प्रयोग करते हुए, उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 का और संशोधन करने के लिए निम्नलिखित आदेश करती है, अर्थात्:—

1. (1) इस आदेश का नाम उर्वरक (नियंत्रण) (तीसरा संशोधन) आदेश 1986 है।

(2) यह राजपत्र में प्रकाशन की तारीख को प्रवृत्त होगा।

2. (1) उर्वरक (नियंत्रण) आदेश, 1985 (जिसे इसमें इसके पश्चात उक्त आदेश कहा गया है) की अनुसूची 1 में, (1) शीर्षक, "भाग—क उर्वरकों के विनियोग और उपशीर्षक" 1 (च) सूक्ष्मपीषक के नीचे क्रम से 0 2 और उससे सम्बन्धित प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित क्रम संख्यांक और प्रविष्टियां अन्तःस्थापित की जाएंगी, अर्थात्:—

उर्वरक का नाम	विनियोग	
1	2	
3. मिटटी में उपयोजन के लिए बोरक्स (सोडियम डेट्रोबोरेट) ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )	(i) भार के आधार पर (B) के रूप में बोरोन के अंश का (ii) प्रतिशत, न्यूनतम भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) pH (iv) भार के आधार पर (Pb के रूप में) सीसा का प्रतिशत, अधिकतम।	10.5 1.0 9.0-9.5 0.003
4. फोलियर स्प्रे के लिए सोल्वर ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} +$ $\text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )	(i) भार के आधार पर (B) के रूप में बोरोन के अंश का प्रतिशत न्यूनतम। (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) भार के आधार पर (Pb) के रूप में सीसा का प्रतिशत अधिकतम।	19.0 1.0 0.003
5. तांबा सल्फेट ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )	(i) भार के आधार पर (Cu के रूप में) तांबे का प्रतिशत न्यूनतम। (ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम। (iii) भार के आधार पर (Fe के रूप में अभिव्यक्त) विलेय लौह और एल्यूमिनियम मिश्रण का प्रतिशत, अधिकतम। (iv) भार के आधार पर (Pb) के रूप में सीसा का प्रतिशत अधिकतम। (v) pH	24.0 1.0 0.5 0.003 3.0 से अन्यून

1	2	
6. फेरस सल्फेट ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )	<ul style="list-style-type: none"> <li>(i) भार के आधार पर (<math>\text{Fe}</math> के रूप में) फेरस लौह का प्रतिशत न्यूनतम।</li> <li>(ii) भार के आधार पर (<math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> के रूप में) अभिश्रित अम्ल (फी एसिड) का प्रतिशत, अधिकतम।</li> <li>(iii) भार के आधार पर (<math>\text{Fe}</math> के रूप में) चैरिक लौह का प्रतिशत अधिकतम।</li> <li>(iv) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत, अधिकतम।</li> <li>(v) pH</li> <li>(vi) भार के आधार पर (<math>\text{Pb}</math> के रूप में) सीसे का प्रतिशत, अधिकतम।</li> </ul>	19.0 1.0 0.5 1.0 3.5 से प्रत्यन। 0.003
7. अमोनियम मोलिबडेट [( $\text{NH}_4$ ) <sub>6</sub> $\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ]	<ul style="list-style-type: none"> <li>(i) भार के आधार पर (<math>\text{MO}</math> के रूप में) मोलिबडेनम का प्रतिशत, न्यूनतम।</li> <li>(ii) भार के आधार पर जल में अविलेय पदार्थ का प्रतिशत अधिकतम।</li> <li>(iii) भार के आधार पर (<math>\text{Pb}</math> के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।</li> </ul>	52.0 1.0 0.003
8. Zn—ई० डी० टी० ए० के रूप में चिले-टेड जस्त।	<ul style="list-style-type: none"> <li>(i) रूप सुप्रवाही रवेदार/चूर्ण</li> <li>(ii) Zn—ई० डी० टी० ए० के रूप में भार के आधार पर (<math>\text{Zn}</math> के रूप में अभिव्यक्त) जस्ता अंश का प्रतिशत न्यूनतम।</li> <li>(iii) भार के आधार पर (<math>\text{Pb}</math> के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।</li> <li>(iv) pH</li> </ul>	12.0 0.003 6-6.5
9. Fe—ई० डी० टी० ए० के रूप में चिलेटेड लौह	<ul style="list-style-type: none"> <li>(i) रूप सुप्रवाही रवेदार/चूर्ण</li> <li>(ii) Fe—ई० ई० डी० टी० ए० के रूप में भार के आधार पर (<math>\text{Fe}</math>—के रूप में अभिव्यक्त) लौह अंश का प्रतिशत न्यूनतम।</li> <li>(iii) भार के आधार पर (<math>\text{Pb}</math> के रूप में) सीसे का प्रतिशत अधिकतम।</li> <li>(iv) pH</li> </ul>	12.0 0.003 5.5-6.5
<p>(2) शीर्षक “भाग—ख—विभिन्न उर्वरकों के लिए पौध-पोषक को सहन सीमा” के नीचे कम सं० ४ और उससे संबंधित प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित कम सं० ० और प्रविष्टियाँ जोड़ी जाएंगी, अर्थात्:—</p>		
5. वोरकत, चिलेटेड जस्ता और चिलेटेड लौह—ई० डी० टी० ए०		0.1
6. सोलुबर तांबा, सल्फेट जस्ता, सल्फेट, मैग्नीज सल्फेट और फेरस सल्फेट के लिए		0.2
7. अमोनियम मोलिबडेट के लिए		0.5

(3) उक्त अदेश, की अनुसूची-2 में शीर्षक “भाग-ख—उर्वरकों के विश्लेषण की पद्धति” के नीचे,—

(1) उप-शीर्षक “7. जिक सल्फेट, कृषि श्रेणी के विश्लेषण की पद्धति” के नीचे क्रम सं 0 (iii) और उससे संबंधित प्रविष्टियों के स्थान पर निम्नलिखित त्रैम संख्याक और प्रविष्टियां रखी जाएँगी  
शीर्षक:—

(iii) उपांतरित ई० डी० टी० ए० अनुमापन पद्धति द्वारा जस्ता सल्फेट में जस्ते का अवधारण:—

(क) अभिकर्मक :

(1) ई० डी० टी० ए० विलयन :

3.72 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डायमाइन टेट्राएसेट डाइहाइड्रेट को आसूत जल में घोलें और 1 लिटर तक आयतन बनाएँ।

(2) भानक जस्ती विलयन :

लगभग 1.0 ग्राम जस्ता धातु तोलें और भार को सही रूप में अभिलिखित करें। इसे डब्ल्यू के रूप में प्रकट करें। जस्ता धातु के प्रति 20 ग्राम मिली लिटर के हिसाब से  $\text{HC}_1$  (1:1) मिलाएँ इसे कुछ घण्टों के लिए रखें और पूरी तरह से घुल जानें दें। विलयन आयतन ठीक-ठीक 000 मि०ली० तक बनाएँ।

(3) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड (20 प्रतिशत) (मि०मी०) ।

(4) अमोनियम क्लोरोइड ए० आर० ग्रेड लवण ।

(5) सोडियम साइनाइड ए० आर०/जी० आर० ग्रेड लवण ।

(6) ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर :

1 ग्राम ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर को 100 ग्राम ए० (ए० आर०) ग्रेड सोडियम क्लोरोइड में अच्छी तरह (क) से मिलाइए।

(7) फार्मलडिहाइड एसेटिक अमल विलयन (4 प्रतिशत) :

लगभग 100 मि०लि० आसूत जल में 100 मि०लि० फार्मलडिहाइड (37-40 प्रतिशत) (घोलें) 40 मि०लि० ग्लैसियल एसेटिक अमल मिलाइए और आसूत जल से 1 लिटर तक आयतन बनाएँ।

(8) हाइड्रोक्सी लैमाइन हाइड्रोक्लोराइड :

ए० आर० ग्रेड ठोस लवण

टिप्पणी.—आसूत जल से कांच का आसूत जल अभिन्नत है।

(ख) प्रक्रिया :

(1) ई० डी० टी० ए० विलयन का मानिकीकरण :

(अ) 10 मि०लि० जस्ता धातु का (भानक) विलयन लें।

(आ) लगभग 0.1 ग्रा० अमोनियम क्लोरोइड तथा 30 मि०लि० अमोनियम हाइड्रोआक्साइड विलयन (20 प्रतिशत) मिलाएँ।

(इ) लगभग 30 मि०लि० आसूत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(ई) चुटकी भर ऐरिओक्रोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सचर मिलाइए। यह लाल रंग देगा।

(उ) स्पष्ट ब्लू एण्ड व्हाइट प्राप्त करने के लिए इसका ई० डी० टी० ए० विलयन के साथ अनुमापन करें। वी० 1 मि०लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई० डी० टी० ए० का आयतन नोट करें।

(2) नमूनों में जस्ते का अनुमान :

(अ) दिए गए 1.0 ग्राम जस्ता सल्फेट के नमूने को ठीक-ठीक तोलें और इसे अनुमापी फ्लास्क में 100 मि०लि०

आसूत जल में घोलें।

\*पूर्ण सावधानी में उपयोग करें।

- (आ) बीकर में 10 मि०लि० एलिकोट ले। 10.1 ग्राम हाइड्रोक्सो लेमाइन हाइड्रोक्लोराइड और 0.1 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं।
- (इ) सोडियम साइनाइड की थोड़ी मात्रा सावधानी से मिलाएं सफेद अवक्षेप दिखाई देगा। सोडियम साइनाइड तब तक मिलाते रहें जब तक कि हाथ से बीकर घुमाते समय सफेद अवक्षेप विलोन न हो जाए। लगभग 0.5 ग्राम अन्तरिक्त सोडियम साइनाइड मिलाएं।
- (ई) लगभग 30 मि०लि० अमोनियम हाइड्रोआक्साइड (20 प्रतिशत) मिला करके, इसे तनु करें और लगभग 30 मि०लि० ग्रासुत जल मिलाएं।
- (उ) चुटकी भर रेगीओडोम ब्लैक (टी) इंडिकेटर मिक्सर मिलाएं। यह लाल रंग देगा।
- (ऊ) ₹०डी०टी०००० विलयन के साथ तब तक अनुमापन करने रहें जब तक यह बैगनी रंग में न बदल जाए ( $V_2$ ) (मि०लि०) के रूप में उपयोग किए गए ₹०डी०टी०००० का आयतन नोट करें।
- (ए) उर्ध्युक्त अनुमापन किए गए विलयन में 20 मि०लि० कार्मलाइडहाइड्रोसेटिक अमल विलयन मिलाएं और अच्छी तरह से मिला लें। लाल रंग फिर में दिखाई देगा।
- (ऐ) लाल आभारंहित ब्लू एण्ड प्वार्बंट प्राप्त करने के लिए ₹०डी०टी०००० विलयन के साथ इसका अनुमापन करें ( $V_3$ ) मि०लि० के रूप में दूसरे अनुमापन में उपयोग की गई ₹०डी०टी०००० का आयतन नोट करें।

संगणना:

10

$$\text{जस्ता प्रतिशत} = \frac{V_3}{V_1} \times W$$

$W$  = मानक जस्ता विलयन को तैयार करने हेतु लिए गए जस्ता धातु के टुकड़े का ग्राम में तोल।

$V_1$  = 10 मि०लि० जस्ता धातु विलयन के लिए उपयोग किए गए ₹०डी०टी०००० विलयन का (मि०लि०) में आयतन।

$V_3$  = दूसरे अनुमापन के लिए उपयोग किए गए ₹०डी०टी०००० विलयन (मि०लि० में का आयतन।

- (ii) उप-शीर्षक “10. मैग्नीज मल्फेट कृषि श्रेणी के विश्लेषण को आनुकूलिक पद्धति” और उससे संबंधित क्रम संख्यांक तथा प्रविष्टियों के पश्चात् निम्नलिखित उपशीर्षक, क्रम संख्यांक और प्रविष्टियाँ अन्तःस्थापित की जाएंगी। अर्थात् :-
- (ii) बोरेक्स (सोडियम टेट्रावोरेट डेकाहाइड्रेट उर्वरक) की विश्लेषण पद्धति :

(i) अभिकर्मकों की क्वालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत जल का उपयोग किया जाएगा।

टिप्पणी.— शुद्ध रसायनों से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव अन्तर्दिष्ट नहीं हैं जो विश्लेषणों के परिणामों को प्रभावित करते हैं।

(ii) बोरोन का अवधारण:

(अ) परमाणवीय अवशेषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक :

(1) मानक बोरोन विलयन :

साफ वाच-ग्लास पर ए० प्रार० ग्रेड का 44.095 ग्राम सोडियम टेट्रावोरेट डेकाहाइड्रेट तोले और इसे फल ले के जरिए एक लिटर अनुमापी फलास्क में अन्तरित करें।

कांच के आसुत जल से वाच-ग्लास और फल को कई बार प्रक्षाल करके अन्तरित करें। निशान तक आयतन बनाएं। फलास्क में डाट लगाकर विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं। यह 5000 पी० पी० एम०

बोरोन का विलयन है जिसे इसके पश्चात् मानक "ए" कहा जाएगा। यह विलयन आगे प्रयोग करने के लिए साक बोतल में रखा जाना चाहिए।

(2) कार्यकारी मानकों को तैयार करना :

मानक "ए" के निम्नलिखित आयतन को 50 मि० लि० अंकित अनुमापी फ्लास्कों में विभेद करें और जल के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं०	लिए गए मानक "ए" का आयतन (मि० लि०)	50 मि० लि० तक आयतन बनाने के पश्चात् बोरोन का सांदर्भ (पी०पी०५०००)
1	2	3
1.	0.0	0.0
2.	4.0	400
3.	6.0	600
4.	8.0	800
5.	10.0	1000
6.	12.0	1200
7.	14.0	1400
8.	16.0	1600

(ख) प्रक्रिया:

(1) नमूना विलयन तैयार करना :

एक साक वाच-ग्लास पर 2.500 ग्राम पदार्थ तोले और इसे मात्रा अनुसार फनल के जरिए 250 मि० लि० वाले अनुमापी फ्लास्क में जल से वार-बार प्रश्नान करके अवतरित करें। आयतन तैयार करें, फ्लास्क में डाट लगाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।

(2) विलयन को ज्वलित करना :

नाइट्रस आक्साइड एसोटिलोन ज्वलन का उपयोग करते हुए 249.8 एन० एम० के तरंगदैर्घ्य पर परभा-जवीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर मानकों और नमूना विलयन ज्वलित करें।

संगणना :

एक्स अक्ष पर उनके संबंधित बोरोन सांदर्भ के मुकाबले में वाई० अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके बोरोन विलयकों के ज्ञात सांदर्भ का मानक वक्र तैयार करें। मानक वक्र से प्राप्त बोरोन सांदर्भ मान को 0.01 द्वारा गुणा करके दिए गए नमूने में बोरोन का प्रतिशत संगणित करें।

उदाहरण :

उर्वरक के नमूने का भार

बनाया गया आयतन

तनूकरण घटक

250 ग्राम  
250 मि० लि०

250 = 100

2.5

परमाणवीय अवशोषण में नमूने का पाठ्यांक=वाई अवशोषण के मुकाबले में मानक वर्क में बोरोन का तत्संबंधी सांदर्भ मान=नमूने में।

बोरोन की एकम ० पी० ०१० एम० प्रतिशतता = ०.०१ एकम

(आ) टिट्रमिटरिक पद्धति :

(क) पद्धति की रूप रेखा :

बोरोक्स का अवधारण पहले हाइड्रोक्लोरिक अमल के साथ इसे बोरिक अमल में संपरिवर्तित करके और फिर मननिटाल या सारबिटाल के साथ बोरिक अमल मिलाने के पश्चात् सोडियम हाइड्रोक्लोराइड विलयन के मुकाबले में अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

- (1) मानक हाइड्रोक्लोरिक अमल - ०.५N
- (2) मानक सोडियम हाइड्रोग्राक्साइड - १.०N
- (3) मैथाइल ऐड इंडिकेटर - ६० मि० लि० परिशोधित स्पिरिट में ०.१ ग्राम पदार्थ धोलें और १०० मि० लिटर तक जल में तनु करें।
- (4) फिनोलपथलोन इंडिकेटर - १०० मि० लि० परिशोधित स्पिरिट में १ ग्राम पदार्थ धोलें।
- (5) मैनिटाल में या सारबिटाल।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) ६० मि० लि० जल में ठीक-ठीक तोले गए ३.० ग्राम पदार्थ धोलें और सूचक के रूप में मैथाइल लाल विलयन का प्रयोग करते हुए हाइड्रोक्लोरिक अमल से अनुमापन करें।
- (2) विलयन को उबालें और ठंडा करें।
- (3) २० ग्राम मैनिटाल या सारबिटाल मिलाएं और सूचक के रूप में फिनोलपथलोन विलयन का प्रयोग करते हुए सोडियम हाइड्रोग्राक्साइड से अनुमापन करें।

संगणना :

भार के आधार पर बोरोन के अंश का प्रतिशत = १.०८१९  
वी० एन०

डब्ल्यू

वी=प्रयोग किए गए मानक सोडियम हाइड्रोक्साइड का लि० लि० में आयतन,  
एन=सोडियम हाइड्रोग्राक्साइड की प्रसामान्यता, और

डब्ल्यू=परीक्षण हेतु लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार

(संदर्भ—आई० एस० आई० — ११०९-१९८०)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण: वैसा ही जैसा पद्धति सं० ८ (७) (क) में है।

(iv) pH का अवधारण :

जल में ३.८ ग्राम पदार्थ धोले और इसे १०० मि० लि० तक बनाएं। कांच के इलेक्ट्रोड का प्रयोग करके उपर्युक्त pH मोटर की सहायता से विलयन के pH मान को मापें।

(v) सीसे का अवधारण :

वैसा ही जैसा पद्धति सं 08 (v) में है जस्ता सल्फेट के स्थान पर वो रैक्स का प्रयोग करें।

12. तांबा सल्फेट उर्वरक के विश्लेषण की पद्धति ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) :

(1) अभिकर्मकों को क्वालिटी।—जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विखनिजित जल का उपयोग किया जाएगा।

टिप्पणी।—“शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिभ्रेत हैं, जिनमें ऐसे अपद्रव अन्तर्विष्ट हैं, जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विखनिजित जल से ऐसा जल” अभिभ्रेत है जो धनायन और कृगायन विनियम रेजिन या मिश्रित धनायन कृगायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(2) तांबे का अवधारण :

(अ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक: जैसा कि 8 (iv) (क) (1) (2) और (3) में विनिर्दिष्ट है।

(ख) प्रक्रिया:

(1) एक साफ वाच-ब्लास पर 0.25 ग्राम सामग्री तोलें और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी प्लास्क में कांच के आसुत जल से बार-बार प्रक्षाल करके अन्नरिक करें। 10 प्रतिशत सल्प्यूरिक अमल को एक मि०लि० मिलाएं और आयतन तैयार करें।

(2) 500 मि०लि० अनुमापी प्लास्क में तैयार किए गए विलयन का 5 मि०लि० लैं और आयतन तैयार करें। विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ प्लास्क में ब्हाटमैन सं 0.42 फिल्टर पत्र के माध्यम से छान लैं प्लास्क को 10 से 15 मि०लि० फिल्टरिट के द्वारा प्रक्षालित करना चाहिए और फिर फिल्टर करते रहें।

(3) विलयन को ज्वलित करना:—वायु एस्टोलो ज्वाल का प्रयोग करके 324.8 एन० एम० तरंग दैर्घ्य पर परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर मानकों और छाने हुए नमूनों को ज्वलित करें।

संगणना:—तांबा विलयन के ज्ञात सांदर्भों का एक मानक वक्र।

एक्स:—अक्ष पर संबंधित सांदर्भ मान के मुकाबले में।

वाई:—अक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

नमूने में तांबे का प्रति त-10 एक्स।

डब्ल्यू

जहां डब्ल्यू परीक्षण के लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

एक्स—ग्राफ से अवधारित के रूप में (पी०पी००एम०० में) तांबे का सांदर्भ।

(आ) आयाडेमित अनुमान पद्धति :

(क) पद्धति की रूपरेखा:

तांबे का अवधारण पोटैशियम आयोडाइड को मिलाकर और मानक सोडियम थियो सल्फेट विलयन के मुकाबले निकाले गए आयोडीन का अनमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :

(1) सोडियम कार्बोनेट-ए०आर०० ग्रेड।

(2) पोटैशियम आयोडाइड-ए० आर००-क्रिस्टल

(3) ऐसोटिक अमल-ए० आर००ग्रेड

(4) मानक सोडियम थियो सल्फेट विलयन ०.१ एम

(5) स्टार्च सूक्ष्म विलयन=५ ग्राम स्टार्च और ०.०१ ग्राम मरक्यरिक आयोडाइड को ३० मि०लि० लि० ठण्डे जल के माथ धोलें और इसे एक लिटर उबलते जल में धौरे-धीरे हिलाते हुए डालें। तीन मिनट तक उबलें। ठण्डा होने दें और अधिपलवि स्वच्छ द्रव का निस्तार करें।

(6) पोटोशियम थियोमाइनेट क्रिस्टल ।

(ग) प्रक्रिया :

- (1) 50 मि०लि० जल में टीक तोले गए परीक्षण नमूने का लगभग 1 ग्राम घोले ।
- (2) एक चुटकी सोडियम कार्बोनेट तब तक मिलाएं जब तक कि हल्का आविलता दिखाई न दें । उसके पश्चात 5 मि०लि० ऐसोटिक अमल, 3 ग्राम पोटोशियम आयोडाइड मिलाएं और सूचक के रूप में स्टार्च का प्रयोग करके सोडियम थियोमल्फेट विलयन के साथ निकाले गए आयोडीन का तब तक अनुमापन करें जब तक कि केवल हल्का नीला रंग न रह जाए ।
- (3) लगभग 2 ग्राम पोटोशियम थियोमाइनेट मिलाएं, हिलाएं और तब तक अनुमापन करते रहें जब तक कि नीला रंग विलीन न हो जाए ।

संगणना :

तांबा द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत 6.35 वी० एन०/एम०।

जहां वी०:- मानक सोडियम थियोमल्फेट विलयन का मि०लिटर में आयतन,

एन०- मानक थियोमल्फेट विलयन की मामान्यता, और

एम०- परीक्षण के लिए लिए गए नमूने का ग्राम द्रव्यमान ।

(संदर्भ: आई०एम० 261 (1982)) ।

(iii) सीसे (Pb) का अवधारण :

वैसा ही जैसा पद्धति सं० ८ (V) में है ।

जस्ता के स्थान पर तांबा मल्फेट का प्रयोग करें ।

(iv) विलेय लौह और ऐल्यूमिनियम मिश्रण का अवधारण (Fe के रूप में अभिव्यक्त)

(क) पद्धति की रूपरेखा लौह और ऐल्यूमिनियम का अमोनियम हाइड्रोआक्साइड के साथ अवधेशण करके भारातक मरु रूप से अवधारण किया जाता है ।

(ख) अभिकर्मक :

1. सांद्रित नाइट्रिक अमल= ए०आर० ग्रेड़

2. अमोनियम क्लोराइड= ए०आर० ग्रेड़

3. अमोनियम हाइड्रोआक्साइड—लगभग 15 प्रतिशत  $\text{NH}_3 (\text{M})/\text{V}$ ) तनु करें ।

4. हाइड्रोक्लोरिक अमल - 33 प्रतिशत ( $\text{M}/\text{V}$ ) तनु करें ।

(ग) प्रक्रिया :

(1) 10 ग्राम परीक्षण नमूने लें और 25 मि०लि० जल, 2 मि०लि० नाइट्रिक अमल और 5 ग्राम अमोनियम क्लोराइड मिलाएं ।

(2) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड विलयन मिलाकर विलयनको को क्षारीय बनाएं ।

(3) अधिक अमोनियम हाइड्रोआक्साइड, यदि आवश्यक हो तो मिलाकर विलयन को क्षारीय बनाए रखते हुए इसे जल-उत्पक पर तब तक रखें जब तक कि अवक्षेप अर्जित हो जाए ।

(4) अवशिष्टि को छानें और तनूकरण अमोनियम हाइड्रोआक्साइड से प्रक्षाल करें ।

(5) अवशिष्टि को गर्म तनूकरण हाइड्रोक्लोरिक अमल में घोलें ।

(6) अमोनियम हाइड्रोआक्साइड मिलाकर विलयन को पुनः क्षारीय बनाए और अवक्षेपण को स्थिर होनें दें ।

(7) अवशिष्टि को छानें और जल से प्रक्षाल करें ।

(8) अवशिष्टि को सुखाकर जलाएं और जब तक तोलें जब तक कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए ।

संगणना :

विलेय लौह और ऐल्यूमिनियम मिश्रण

(Fe के रूप में) द्रव्यमान के आधार पर प्रतिशत = 70 एम० ।

एम२

जहां ए० १= प्राप्त अवशिष्टि का ग्राम में द्रव्यमान

(एम२= परीक्षण के लिए लिये गए नमूने का ग्राम में द्रव्यमान ।

(संदर्भ: आई० एस० 261--1982)।

(5) जल में अवलेय पदार्थ का अवधारण :

(क) अभिकर्मक :

(क) सांद्रित सल्फ्यूरिक अमल = ए० ग्राम० ग्रेड़

(ख) प्रक्रिया :

लगभग 10 ग्राम परीक्षण नमूना ठीक-ट्रीक तोलें और इसे 100 मि० लिटर जल में धोलें 3 मि० लिटर सल्फ्यूरिक अमल मिलाएं और सामान्य ताप पर पूरी तरह से हिलाएं।

आधेय भारित फिल्टर पच या आधेय भारित सिस्टरिट कांच के कूसिबल (जी० एन० ४) के जरिए छान ले जल से अवशिष्ट को तब तक प्रक्षाल करें जब तक कि यह अमल से मुक्त न हो जाए। 105° से 110° सैन्टीग्रेड पर बनाए रखे गए भट्टों पर फिल्टर पच या कूसिबल को तब तक सुखाएं कि स्थिर द्रव्यमान प्राप्त न हो जाए।

संगणना :

अविलेय पदार्थ, द्रव्यमान के आधार पर प्रतिष्ठत = एम० १ × 100

एम० २

एम० १ = प्राप्त किये गए अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान।

एम० २ = परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में द्रव्यमान।

एम०-प्राप्त किये गए अवशिष्ट का ग्राम में द्रव्यमान।

(vi) pH का अवधारण :

(क) प्रक्रिया:

जल में 5 ग्राम परीक्षण नमूना धोलें और 100 मि० लिं० तक आयतन बनाएं। उपयुक्त पी० एन० मोटर का प्रयोग करके कांच के इलेक्ट्रोड से pH का अवधारण करें।

13. फैरस सल्फेट के विश्लेषण की पद्धति :

(हेप्टाहाइड्रोट) ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) :

(i) अभिकर्मकों की क्वालिटी—जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विवर्णित जल का प्रयोग किया जाएगा।

टिप्पणी—“शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं, जिनमें से ऐसे अपद्रव अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। विवर्णित जल से ऐसा जल अभिप्रेत है जो धनायन और अणायन विनियम रेजिन या मिश्रित धनायन-ऋग्यायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

(ii) फैरस लौह का अवधारण :

(क) पद्धति की रूपरेखा—फैरस लौह के अंश का अवधारण मानक पोटेंशियम परमैग्नेट विलयन के साथ अनुमान करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक :—

(1) कनूकरण सल्फ्यूरिक अमल लगभग 4 एन।

(2) मानक पोटेंशियम परमैग्नेट विलयन—0.1 एन।

(3) आधोकोस्फोरिक अमल।

(ग) प्रक्रिया:

- (1) तंयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक-ठीक तोले और इसे जल में घोलें।
- (2) नूकरण मल्फ्यूरिक अमल का 1 मे 2 मि० लि० मिलाएं और अनुमापी फ्लास्क में विलयन को 250 मि० लिटर तक बढ़ाएं।
- (3) किसी फ्लास्क में इस विलयन का ठीक-ठीक 50 मि० लि० मि० विपेट कर लें।
- (4) 10 मि० लि० तनुरण मल्फ्यूरिक अमल और 2 मि० लि० आर्योकास्फोरिक अमल मिलाएं और मानक पोटेशियम परमैग्नेट विलयन के साथ अनुमापन करें।

संगणना:—

$$\text{कुल लौह, भार के आधार पर प्रतिशत} = 27.92 \text{ पी० एन०}$$

डब्ल्यू

जहां बी=प्रयुक्त मानक पोटेशियम परमैग्नेट का आयतन।

पी० एन०=मानक पोटेशियम परमैग्नेट विलयन की प्रमाणान्तर।

डब्ल्यू=परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार (मंदर्भ: आई० एम०-२६२-१९८२)।

(iii) कुल लौह का अवधारण :—

(अ) पोटेशियम डाइक्रोमेट के प्रयोग करके टाइट्रामिट्रिक पद्धति।

(क) पद्धति की रूपरेखा:—कुल लौह का अवधारण स्टैनस क्लोराइड में फैरिक लौह कम करके और फिर कुल फेरस लौह का मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन के साथ अनुमापन करके किया जाता है।

(ख) अभिकर्मक:

(1) सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अमल।

(2) स्टैनस क्लोराइड विलयन—6.0 ग्राम स्टैनस क्लोराइड किस्टन ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 60 मि० लि० सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अमल में घोलें और जल में तनु करके इसे 100 मि० लि० तक बना लें। इस विलयन को डाट लगी हुई बोतल में रखें।

(3) मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन संतृप्त।

(4) सान्द्रित सलफ्यूरिक अमल।

(5) डाइफिनाइलामान सूचक—0.1 ग्राम डाइफिनाइलामोन 100 मि० लि० लिटर सान्द्रित मल्फ्यूरिक अमल में घोलें।

(6) मानक पोटेशियम डाइक्रोमेट विलयन—1.0 एन।

(ग) प्रक्रिया:

(1) तंयार किए गए नमूने के लगभग 5 ग्राम ठीक-ठीक तोले और इसे जल में घोलें।

(2) 1 से 2 मि० लि० तनुरण मल्फ्यूरिक अमल मिलाएं और किसी भी अनुमापी फ्लास्क में 250 मि० लिटर तक आयतन बनाएं।

(3) इस विलयन का 50 मि० लि० एलिकाट लें और 10 मि० लि० सान्द्रित हाइड्रोक्लोरिक अमल मिलाएं और उबलने तक गर्म करें।

(4) फैरिक क्लोराइड को पीले रंग के विलोन हो जाने तक स्टैनस क्लोराइड विलयन मिलाकर लौह को कम करें स्टैनस क्लोराइड 2 से 3 बंद से अधिक न मिलाएं।

(5) विलयन को छंडा करें, शीघ्रता से मरक्यूरिक क्लोराइड विलयन मिलाएं और हिलाएं ताकि यह संकेत करते हुए मरक्यूरस क्लोराइड का सफेद अवक्षेप धीरे-धीरे तंयार हो जाए कि स्टैनस क्लोराइड कुछ अधिक मात्रा में विद्यमान है।

(6) इसे 5 से 10 मिनट तक ऐसे ही रखें 150 से 200 मि० लि० तक तनु करें और 5 मि० लिटर फास्फोरिक अमल और 5 बूँद डाइफिनाइलामोन सूचक मिलाएं। मानक पोटेशियम डायक्रोमेट विलयन के साथ तब तक अनुमापन करें जब तक कि विलयन का रंग गाढ़ा नीला न हो जाए, जो हिलने पर कीका नहीं पड़ता।

संगणना:

$$\text{कुल लौह भार के आधार पर प्रतिशत} = 27.92 \text{ पी० एन०}$$

डब्ल्यू

जहां वी-ग्रन्तुमापन में प्रयुक्त पोटेशियम डाइक्रोमेट का मि० लि० में आयतन की प्रसाधारण और डब्ल्यू-एलिकोट में विद्यमान पदार्थ का ग्राम में भार।

(संदर्भ: आई०एस० 962-1967) ।

(आ) परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

(क) अभिकर्मक:

- (1) मानक लौह विलयन - 1000 ppm 1 ग्राम शुद्ध लोहे के तार को ठीक-ठीक तोलें और इसे एक बीकर में 30 मि० लि० 6 N.HCP में रखें और उबालें। इसे फनल के माध्यम से बीकर और फनल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं फ्लास्क में डाट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं। यह 1000 ppm लौह विलयन है।
- (2) pH 2.5-0.5 कांच का आसुत या खनिजित जल लें।
- (3) कार्यकारी मानक तैयार करना।— 100 मि० लिटर अनुमापी फ्लास्क में 10 मि० लि० 50 लौह स्टाक विलयन पिघेट करें और आयतन तनु करें। यह 100 ppm लौह विलयन है। 50 मि० लिटर अकित अनुमापी फ्लास्क में 100 ppm लौह विलयन निम्नलिखित आयतनों तक पिघेट करें और अस्लीकृत जल से आयतन बनाएं।

फ्लास्क सं०	लिए गए 100 ppm मानक लौह विलयन का आयतन (मि० लि०)	50 मि० लि० तक बनाने के पश्चात् लौह का आयतन संदर्भ (ppm)
1	0.0	0.0
2	1.0	2.0
3	2.0	4.0
4	3.0	6.0
5	4.0	8.0
6	5.0	10.0
7	6.0	12.0
8	7.0	14.0
9	8.0	16.0
10	9.0	18.0
11	10.0	20.0

फ्लास्क में डाट लगा दें और विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं।

(ख) प्रक्रिया:

- (1) फेरस उर्वरक नमूना तैयार करना।— एक स्वच्छ कांच पर 1.000 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोलें और इसे फनल के माध्यम से एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अस्लीकृत जल से बार-बार प्रक्षाल करते हुए अंतरित करें और पदार्थ को अच्छी तरह हिला कर धोलें। निशान तक अस्लीकृत जल से आयतन बनाएं और अच्छी तरह से हिलाएं।
- (2) 5 मि० लि० तैयार किए गए विलयन 100 मि० लि० अनुमापी फ्लास्क में लें और अस्लीकृत जल से आयतन बनाएं। विलयन को अच्छी तरह से हिलाएं और सूखे साफ़ फ्लास्कों में ह.वाटमैन सं० 42 किटर पत्र में से छोड़ें। फ्लास्कों को 10 से 15 मि० लि० फिल्टरिंग से प्रक्षालन करना चाहिए और तब फिल्टर जारी रखें।
- (3) विलयन को ज्वलित करना।— मानक और फिल्टरित नमूने को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रक्रियागत पर प्रवर्गक त्रिग्रुप्पीटिनीत ज्वला का प्रयोग करते हुए 248.3 nm तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें।

## संगणना :

लौह विलयनों के ज्ञात सांदर्भों की एक मानक वक्र एक्स-ग्राफ़ पर संवर्धित लौह सांदर्भों के मुकाबले में वार्ड-मध्य पर अवशोषण मान का आनेखन करके बनाएँ ग्राफ़ से नमूना विलयन में लौह की मात्रण अवधारित करें।  
कुल लौह% 2. एक्स

## उच्चल्य

उच्चल्य=मानक वक्र से प्राप्त की (ppm) सांदर्भ

उच्चल्य=परीक्षण के लिए लिये गए पदार्थ का ग्राम में भार।

- (iv) फेरिक लौह का अवधारण.—नमूने में फेरिक लौह का प्रतिशत प्राप्त करने के लिए कुल लौह प्रतिशत से फेरस लौह प्रतिशत का मान घटाएँ।  
(मदर्म: आई0 एस0 262-1967)
- (v) pH का अवधारण.—नमूने के 5.0 ग्राम को 10 मि0 लि0 ताजे उवंते और ठंडा किए गए जल में धोले और कांच का इलैक्ट्रोड का प्रयोग करते हुए pH मीटर द्वारा pH का अवधारण करें।
- (vi) जल में अंतिलेय पदार्थ का अवधारण.—वैसा ही जैमा कि पद्धति 8 (vi) में है।
- (vii) सीसे का अवधारण: वैसा ही जैमा कि पद्धति 8 (v) में है जस्ता सल्फेट के स्थान पर फेरस सल्फेट का प्रयोग करें।

14. अमोनियम मोलिब्डेट के विश्लेषण की पद्धति ( $\text{NH}_4\text{)}_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 

## (I) अभिकर्मकों की कालिटी :

जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो, परीक्षणों में शुद्ध रसायनों और कांच के आसुत या विष्वनिजित जल का प्रयोग किया जायेगा।

टिप्पणी:—“शुद्ध रसायनों” से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव्य अन्तर्विष्ट नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। “विष्वनिजित जल” से ऐसा जल अभिप्रेत है जो धनायन और कृष्णायन विनियम रेजिन के माध्यम से आसुत जल गुजारने के पश्चात् प्राप्त होता है।

## (ii) मोलिब्डेनम का अवधारण :

(अ) परमाणवीय अवशोषण स्प्रेक्ट्रमी प्रकाशमापी पद्धति :

## (क) अभिकर्मक:

(1) पोटेशियम सल्फेट-25 ग्राम AR पोटेशियम सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में धोलें।

(2) मानक मोलिब्डेनम विलयन=

1.5 ग्राम मोलिब्डेनम ड्राइआक्साइड ( $\text{MoO}_3$ ) की तोले और इसे फलेज के माध्यम से एक लिटर अनुमापी प्लास्क में बीकर और कनेल को कांच के आसुत जल से कई बार प्रभाल करके अन्तरित करें तक आयतन बनाएँ। यह 1000 ppm मानक मोलिब्डेनम विलयन है।

(3) कार्यकारी मानक तैयार करना —

100 मि0लि0 अंकित अनुमापी प्लास्कों में 1000 मानक Mo विलयन का निम्नलिखित अद्यातन पिपेट करें। प्रत्येक प्लास्क में 20 मि0लि0 पोटेशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और 100 मि0लि0 तक आयतन बनाएँ प्लास्क में डाट लगाएं और उन्हें अच्छी तरह से हिलाएं।

प्लास्क संख्या	किए गए 1000 ppm विलयन का आयतन (मि0 लि0)	मिलाए गए पोटेशियम सल्फेट का आयतन (मि0 लि0)	100 मि0 लि0 आयतन का मानदण (ppm)
1	2	3	4
1	0.0	20.0	0
2	2.0	20.0	20

1	2	3	4
3	3.0	20.0	30
4	4.0	20.0	40
5	5.0	20.0	50
6	6.0	20.0	60

## (ख) प्रक्रिया :

- (1) अमोनियम मोलिब्डेट उर्वरक नमूना तैयार करना—एक साफ काँच ग्लास पर 0.1 ग्राम पदार्थ ठीक-ठीक तोले और इसे फनेल के माध्यम से कई बार प्रक्षाल करके 100 मि०लि० के एक अनुमापी कनास्के में अन्तरित करें और अच्छी तरह से हिलाकर पदार्थ को धोत लें। निशान तक प्राप्तत बना लें।
- (2) तैयार किए गए विलयन में से 10 मि०लि० एक 100 मि०लि० के अनुमापी कनास्के में ले इसमें 20 मि०लि० पोटैशियम सल्फेट विलयन मिलाएं और निशान तक आयतन बना लें।
- (3) विलयन को उवलित करना—मानक और फिल्टरित नमूनों को परमाणवीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर नाइट्रसआक्साइड-एसीटिवीन ज्वाला का प्रयोग करते हुए 313.3 ppm के तरंग दैर्घ्य पर उवलित करें।

## संगणना :

मोलिब्डेनम विलयन के जात सांद्रण का एक मानक वक्र संबंधित एक्स-अक्ष मोलिब्डेनम सांद्रण के मुकाबले में वाईअक्ष पर अवशोषण मान का आलेखन करके तैयार करें।

$$\text{एम० ओ० का प्रतिशत} = \text{एक्स}$$

10 डब्ल्यू

जहां एक्स=प्रशाकन वक्र से प्राप्त मोलिब्डेनम (ppm) का सांद्रण  
डब्ल्यू=परीक्षण के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

## (आ) मोलिब्डेनम के अवधारण के लिए वर्णमितीय पद्धति :

## (क) पद्धति की रूपरेखा :

आम्ल विलयन में मोलिब्डेनम (VI) जब स्टैनस क्लोरोइड (जो लवु फेरस आयन की मौजूदगी में सबसे अच्छा है) के साथ उपचार किया जाए तो अधिकांशतः मोलिब्डेनम (V) में संपरिवर्तित हो जाता है। इससे भावांसाइनेट आयन के साथ एक सम्मिश्रण सम्भवतः अधिकांशतः Mo (SCN)<sub>4</sub> तैयार होता है जो लाल रंग का होता है। पश्चातवर्ती को डोतर आक्सीजन परमाणु (3-मियाइलबूटानाल को प्रायमिकता दी जाती है) वाले विलयकों से निकाला जा सकता है। रंग अम्ल के सांद्रण (इस्टरम सान्द्रण/1 एस) और थायोसाइनेट आयन के सांद्रण (K 1.0 प्रतिशत किन्तु रंग की प्रगाङ्कल 2-10 प्रतिशत के रेंज में स्थिर रहती है) पर निर्भर करता है यह स्टैनस क्लोरोइड के अधिकतय में कम ही प्रभावित होता है। मोलिब्डेनम सम्मिश्रण का अधिकतम अवशोषण 465 nm पर है।

## (ख) मांधिन्न :

1. फोटोमीटर—कोई भी उपयुक्त प्रकाशविद्युत वर्णमिति।

## (ग) अभिकर्मक :

1. मानक मोलिब्डेनम विलयन—(0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम)—0.184 ग्राम AR अमोनियम मोलिब्डेनम ( $(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7 \cdot 24 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) एक साफ वाय ग्लास पर तोले और फनेल द्वारा

वाच ग्लास और फनेल को कांच वे: आमुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयत बनाएं। इस विलयन में से 10 मि०लि० एक 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं। यह 0.001 प्रतिशत एम०ओ० विलयन देता है।

2. फेरस अमोनियम मल्फेट—10 ग्राम ए०ग्रा० फेरस अमोनियम मल्फेट नवण 100 मि०लि० अति तनुकरण  $H_2 SO_4$  में घोलें।
3. स्टेनस क्लोराइड विलयन—10 ग्राम ए०ग्रा० स्टेनस क्लोराइड डाइहाइट 100 मि०लि०/1M हाइड्रो-क्लोरिक अम्ल में घोलें।
4. पोटैशियम थायोसाइनेट विलयन—10 ग्राम ए०ग्रा० पोटैशियम थायोसाइनेट नवण 100 मि०लि० आमुत पानी में घोलें।
5. आई०सी०-एम्पूल एल्कोहल।

(घ) नमूना तैयार करना.—0.1 ग्राम नमूने को एक साफ वाच ग्लास पर तोलें और इसे फनेल द्वारा वाच ग्लास और फनेल को कांच के आमुत जल से कई बार प्रक्षाल करके एक लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें निशान तक आयतन बनाएं। इस विलयन में से 5 मि०लि० एक 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में पिपेट और निशान तक आयतन बनाएं।

(इ) प्रक्रिया :

- (1) 0.001 प्रतिशत मोलिब्डेनम विलयन (जिसमें 0.01 मि०ग्रा०, 0.02 मि०ग्रा०, 0.03 मि०ग्रा० 0.04 मि०ग्रा० और 0.05 मि०ग्रा० मोलिब्डेनम अन्तर्विष्ट हो) के 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, और 5.0 मि०लि० को 50 मि०लि० अमता वाले पृथककारी फनेलों में रखें और प्रत्येक को समान आयतन के जल में तनु करें।
- (2) प्रत्येक फनेल में 2.0 मि०लि० सांद्रण  $HCl$  1.0 मि०लि० अमोनियम फेरस मल्फेट और 3.0 मि०लि० पोटैशियम थायोसाइनेट विलयन मिलाएं।
- (3) इसे हल्के से हिलाएं और फिर इसमें 3.0 मि०लि० स्टेनस क्लोराइड विलयन मिलाएं।
- (4) प्रत्येक पृथककारी फनेल में कुल आयतन 25 मि०लि० तक लाने के लिए जल डालें और मिला लें।
- (5) प्रत्येक फनेल में पुनर्आमुत 3-मिथाइल-ब्यटानाल (आई०सी० एम्पूल एल्कोहल) का 10 मि०लि० पिपेट करें और प्रत्येक को अलग-अलग 30 सेकेंड तक हिलाएं।
- (6) इस प्रावस्था को अलग-अलग होने दें और सावधानीपूर्वक नीचे के जलीय परत को हटा दें।
- (7) कांच के डाट को हटा दें और ऐल्कोहल सार को छोटे-छोटे फनेल में शोधित कांच तंतु के छोटे प्लग में से और कार्बनिक सार को 1.0 से०मि० अवशोषण सेल में एकत्रित करें।
- (8) 3-मिथाइलब्यटानाल ब्लैक के मुकाबले में एक स्पेक्ट्रोमीट्रिकाशमापी में 465 nm पर अवशोषण को माप करें।
- (9) मानक मोलिब्डेनम विलयनों के सान्द्रण के मुकाबले में अवशोषण आलेखित करें और अंशांकन वक्त खींचें।
- (10) नमूना विलयन का 10 मि०लि० लें और इसका अवशोषण का अवधारण अंशांकन वक्त का प्रयोग करके ठीक उसी तरह उपचार करके करें जैसा मानक विलयनों के लिए किया जाता है। नमूना विलयन में मोलिब्डेनम का तत्समान सान्द्रण अवधारित करें।

संगणना :

2000 एक्स

MO प्रतिशत = -----

वाई × उच्चत्वा

जहां एक्स=परीक्षण विलयन की मोलिडेनम का (मि० ग्राम में) सान्द्रण

वाई=परीक्षण के लिए लिए गए नमूना विलयन का आयतन

डब्ल्यू=नमूना विलयन तैयार करने के लिए लिए गए पदार्थ का ग्राम में भार।

(मंदिर्मः ब्रीगल्प टेक्स्ट ब्रुक ग्राफ़ इंजिनिटेटिव एनालिसिस)

(iii) जल में अविलेय पदार्थ का अवधारण :

(क) प्रक्रिया :

25.0 ग्राम पदार्थ को 12.5 मि०लि० जल में घोलें। इसे तोले दुए और तैयार किये गए गूच कूसिबल या मिटरित ग्लास कूसिबल (जी०स० ०४) में से फिल्टर करें और अवशिष्टि को जल में अच्छी तरह प्रक्षाल करें कूसिबल को स्थिर द्रव्यमान तक  $110^\circ \times 8^\circ$  पर सुखाएं।

(ख) संगणना :

जल में अविलेय पदार्थ का भार के आधार पर प्रतिशत-भा.

जहां ए=प्रवशिष्टि का ग्राम में भार।

(iv) सीसे का अवधारण :

वैमा ही जैसा पद्धति क्ष० ८ (V) में है। जस्ता सल्फेट के स्थान पर अमोनियम मोलिडेट का प्रयोग करें।

15. चिलेटेड जस्ता के विश्लेषण की पद्धति ( $Zn\text{-ई०डी०टी०ए०}$  के रूप में

(i) अधिकर्मक :

(क) ई०डी०टी०ए० विनयन-(0.05)-18.612 ग्राम डाइसोडियम एथिलीन डाइमीन टेट्राएसिटेट डाइहाइड्रेट (ई०डी०टी०ए०) आसुत जल में घोलें और एक लिटर तक आयतन बनाएं।

(ख) मानक जस्ता विलयन (1000 ppm)

एक बीकर में 1.0 ग्राम जस्ता धातु ठीक-ठीक तोलें।

20 मि०लि०  $\times$  HCl (1:1) मिलाएं। इसे कुछ बटे के लिए रखें और इसे पूरी तरह से घूलने दें।

इस विलयन को 1 लिटर अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। निशान तक आयतन बनाएं।

(ग) सादित अमोनियम विलयन (विशेष ग्रेड 0.88)

(घ) अमोनियम नाइट्रो-AR ग्रेड लवण।

(इ) बफर विलयन (pH--10)-8.0 ग्राम AR ग्रेड अमोनियम नाइट्रोट 65 मि०लि० जल में घोलें और 35 मि०लि० सादित अमोनिया विलयन (विशेष ग्रेड 0.88) मिलाएं।

(च) एस्ट्रियोक्रोम ब्लैक (T) इंडिकेटर मिक्सचर--100 ग्राम AR ग्रेड पोटेशियम नाइट्रोट के साथ 1 ग्राम एस्ट्रियोक्रोम ब्लैक (T) इंडिकेटर अच्छी तरह से मिलाएं।

(छ) हाइड्रोक्सीलभाइन हाइड्रोक्लोरोइड--AR ग्रेड

(ज) पोर्टेशियम भाइयानाइड-ग्रेड (अत्यधिक सावधानी से प्रयोग किया जाए) 15 प्रतिशत जलीय विलयन।

(झ) मैग्नेनीज सल्फेट विलयन-11.15 ग्राम AR ग्रेड मैग्नेनीज सल्फेट 1 लिटर आसुत जल में घोलें।

(ञ) सोडियम फ्लूराइड AR ग्रेड

(ii) नमूना विलयन तैयार करना--1.0 ग्राम नमूने की ठीक-ठीक तोलें और इसे 100 मि०लि० अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें। आसुत जल आयतन बनाएं। इसे रात भर रखें।

(3) प्रक्रिया :

(क) ई०डी०टी०ए० विनयन का मानकीकरण

(1) 10 मि०लि० जस्ता विलयन (मानक) में।

(2) इसमें 30 मि०लि० आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।

(3) 10 मि०लि० बफर विलयन और 30-40 मि०ग्रा० सूचक मिश्रण मिलाएं।

(4) ई०डी०टी०ए० विलयन के साथ अनुमापन साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही मि०लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।

(ख) मैंगनीज सल्फेट विलयन का मानकीकरण :

- (1) 25 मि०लि० मैंगनीज सल्फेट विलयन।
- (2) इसमें 100 मि०लि० आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।
- (3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड और 10 मि०लि० बफर विलयन मिलाएं।
- (4) 30-40 मि०ग्रा० सूचक मिश्रण मिलाएं।
- (5) ई०डी०टी०ए० विलयन के साथ साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट प्राप्त होने तक अनुमापन करें। व्ही 2 मि०लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।

(ग) Zn-ई०डी०टी०ए० उवंरक के ई०डी०टी० अक्ष का अवधारण :

- (1) 10 मि०लि० नमूना विलयन लें।
- (2) इससे 100 मि०लि० आसुत जल मिलाकर इसे तनु करें।
- (3) 0.25 ग्राम हाइड्रोक्सीलमाइन हाइड्रोक्लोराइड मिलाएं।
- (4) 10 मि०लि० बफर विलयन और 30-40 मि०ग्रा० सूचक मिश्रण मिलाएं।
- (5) 40° से० तक गर्म करें और मानक ई०डी०टी०ए० विलयन (अधिमानतः चुम्कीयतः हिलाते हुए) के साफ-साफ ब्लू एण्ड प्वाइंट होने तक अनुमापन करें। व्ही३ मि०लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।
- (6) एन्ड प्वाइंट के पश्चात् 2.5 ग्राम सोडियम फ्लूओरोराइड मिलाएं और एक मिनट तक हिलाएं।
- (7) इस मानक का मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ धीरे-धीरे स्थायी लाल रंग प्राप्त होने तक अनुमापन करें व्ही४ मि०लि० के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट का आयतन नोट करें।
- (8) 1 मिनट तक हिलाएं।
- (9) मैंगनीज आयन की अधिक मात्रा का ई०डी०टी०ए० विलयन के साथ शुद्ध नीला रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही५ मि०लि० के रूप में प्रयोग किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन नोट करें।
- (10) दूसरे एण्ड प्वाइंट (चरण 9) के पश्चात् 4-5 मि०लि० 15 प्रतिशत जलीय पोटैशियम सायनाइड विलयन मिलाएं।
- (11) मैंगनीज सल्फेट विलयन के साथ इसका शीघ्रता से नीले से लाल रंग बदलने तक अनुमापन करें। व्ही६ मि०लि० के रूप में मिलाएं गए मैंगनीज सल्फेट विलयन का आयतन नोट करें।

संगणना :

ई०डी०टी०ए० विलयन (एम<sub>1</sub>) की मोलरता =

मानक जस्ता विलयन की मोलरता × लिए गए मानक जस्ता विलयन का आयतन

(व्ही१) प्रयुक्त किए गए ई०डी०टी०ए० का आयतन

मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन (एम<sub>2</sub>) की मोलरता = एम<sub>1</sub> × व्ही१

लिए गए मानक मैंगनीज सल्फेट विलयन का आयतन Z<sub>1</sub> के अनुमापन में प्रयुक्त ई०डी०टी०ए० के मिलीमोल की संख्या + अन्य धातु (ए) = एम<sub>1</sub> × व्ही४ सोडियम फ्लूओरोराइड द्वारा अलग किए गए ई०डी०टी०ए० के मिलीमोल की संख्या (बी) = एम<sub>2</sub> व्ही४ - एम<sub>1</sub> व्ही५ इस प्रकार जस्ता (सी) के अनुमापन के लिए प्रयुक्त ई०डी०टी०ए० के मिलीमोल की संख्या (सी) = ए - बी परन्तु KCN द्वारा अलग किए गए ई०डी०टी०ए० के मिलीमोल की संख्या (डी) = एम<sub>2</sub> - व्ही६

इस प्रकार Zn-ई०डी०टी०ए० में अन्तर्विष्ट ई०डी०टी०ए० के मिलीमोल की संख्या

नमूना = डी - सी

ई०डी०टी०ए० प्रतिशत = 372.24 (डी - सी)

नमूने में मैंगनेशियम का प्रतिशत =  $24.31 \times \text{बी}$

मुक्त जस्तों का प्रतिशत =  $65.38 \times \text{सी}$

ई0डी0टी0ए0 के साथ विलेटेड जस्ते का प्रतिशत = 65.38 (डी — सी)

(संदर्भ: बोगल्स टेक्स्ट बुक आफ क्वार्टिटेटिव इनज्यारगानिक एनालिसिस)

16. चिलेटेड लौह के विश्लेषण की पद्धति ( $Zn\text{-ई0डी0टी0ए0}$  के रूप में)

(i) अभिकर्मकों की कवालिटी — जब तक कि अन्यथा विनिर्दिष्ट न हो परीक्षणों में शुद्ध रसायन और कांच के आसुत या विर्खावजित जल का प्रयोग किया जायेगा।

टिप्पणी — 'शुद्ध रसायनों' से ऐसे रसायन अभिप्रेत हैं जिनमें ऐसे अपद्रव नहीं हैं जो विश्लेषण के परिणामों को प्रभावित करते हैं। "विखनिजित जल" से ऐसा जल अभिप्रेत है जो धनायन और ऋणायन विनिमय रेजिन के माध्यम से आसुत जल पश्चात प्राप्त होता है।

(ii) चिलेटेड लौह का अवधारण :

(क) अभिकर्मक :

(1) सोडियम हाइड्रोआक्साइड विलयन 0.5 N, 20 ग्राम NaOH को जल में धोलें और 1 लिटर तक तनु करें।

(2) डाइसोडियम ई0डी0टी0ए0 विलयन-0.66 प्रतिशत, 0.73 ग्राम  $Na_2H_2$  ई0डी0टी0ए0  $2H_2O$  को जल में धोलें और 100 मि0लि0 तक तनु करें।

(3) लौह मानक विलयन—

(अ) स्टाक विलयन—(1000ppm) 1.000 ग्राम शुद्ध Fe तार उक्कन के साथ लगभग 30 मि0लि0 6N HCl में धोलें। किसी अनुमापी फ्लास्क में आसुत जल से 1 लिटर तक तनु करें।

(आ) मध्यवर्ती विलयन—(100 ppm) 10 मि0लि0 लौह स्टाक विलयन और 10 मि0लि0  $uag_{\text{h}_2}$  ई0डी0टी0ए0 विलयन को 100 मि0लि0 वाले अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और आयतन तक तनु करें।

(ई) कार्बकारी विलयन—100 ppm मध्यवर्ती विलयन के निम्नलिखित आयतन 50 मि0लि0 अंकित अनुमापी फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N HCl के साथ आयतन बनाएं।

फ्लास्क संख्या	लिए गए 100 ppm मानक लौह विलयन का आयतन (मि0लि0)	50 मि0लि0 तक आयतन बनाने के पश्चात का सांदर्भ (ppm)
1	1.0	2.0
2	2.0	4.0
3	3.0	6.0
4	4.0	8.0
5	5.0	10.0
6	6.0	12.0
7	7.0	14.0
8	8.0	16.0
9	9.0	18.0
10	10.0	20.0

(ख) संधिन वायु/एसोटिलोन ज्वाला महिन परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी :

(ग) प्रक्रिया :

(1) नमूना विलयन तैयार करना :

(अ) लगभग 40 मि०ग्रा० Fe वाले नमूने को 200 मि०लि० के लम्बे आकार के बीकर में तोलें।

(आ) 2-3 बूँद एक्स्प्रेस हॉल से गोला करें और 100 मि०लि० जल में धोलें।

(इ) 30 प्रतिशत  $H_2O_2$  की 4 बूँदें मिलाएं मिश्रण करें और विलयन का pH 0.5 N NaOH के साथ 8.5 तक समायोजित करें। यदि pH 8.8 से ऊपर प्रवाहित होता है तो विलयन को निकाल दें और विष्लेषण दुवारा करें।

(ई) विलयन को 200 मि०लि० वाले अनुमापी फ्लास्क में अंतरित करें और जल से आयतन तक तनु करें और मिश्रण करें।

(उ) क्वान्टिटेटिव पेपर द्वारा विलयन को फिल्टर करें।

(क) 1 मि०लि० फिल्टरित 200 मि०लि० वाले अनुमापी वाले फ्लास्क में पिपेट करें और 0.5 N HC। में आयतन तक की तनु करें।

(2) विलयन ज्वलित करना :

मानक और नमूना विलयन को परमाण्वीय अवशोषण स्पेक्ट्रमी प्रकाशमापी पर वायु एसोटिलीन ज्वाला का प्रयोग करके 248.3 को तरंगदैर्घ्य पर ज्वलित करें। उसी रीति से प्रयुक्त सभी अधिकरणों पर डैक का अवधारण करें।

संगणना :

Fe विलयन के ज्ञात सांदर्भ का एक मानक बफ एक्स अक्ष पर संबंधित Fe सांदर्भ के मुकाबले में वाई-अक्ष पर अवशोषण का आलेखन करके तैयार करें।

(नमूने में ppm Fe—ब्लैंक में ppm Fe) X 0.4

ब्लैंक लौह प्रतिशत =

ग्राम नमूना

(संदर्भ: विष्लेषण AOAC, 1984 की पद्धति)

(iii) pH का अवधारण

पद्धति में 0.8 (vi) (क) के अनुसार।

जै० कै० अरोड़ा,  
संयुक्त सचिव,  
भारत सरकार।

No. 13-3/86-FERT. LAW  
 GOVERNMENT OF INDIA  
 MINISTRY OF AGRICULTURE  
 (DEPARTMENT OF AGRICULTURE AND CO-OPERATION)  
 ORDER

New Delhi, the 21st October, 1986

G.S.R. 1160(E).—In exercise of the powers conferred by section 3 of the Essential Commodities Act, 1955 (10 of 1955), the Central Government hereby makes the following order further to amend the Fertiliser (Control) Order, 1985, namely:—

1. (1) This Order may be called Fertiliser (Control) (Third Amendment) Order, 1986.  
 (2) It shall come into force on the date of its publication in the Official Gazette.

2. In Schedule I to the Fertiliser (Control) Order, 1985 (hereinafter referred to as the said order),—

(1) Under the heading "Part-A. Specification of Fertilisers" and sub-heading "1(f) Micronutrients", after serial number 2 and the entries relating thereto, the following serial number and entries shall be inserted, namely:—

Name of fertiliser 1	Specifications 2
3. Borax (Sodium Tetaborate) ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) for soil application.	(i) Content of Boron as (B) per cent by weight, minimum .. 10.5 (ii) Matter insoluble in water per cent by weight, maximum .. 1.0 (iii) pH 9.0—9.5 (iv) Lead (as Pb) per cent by weight, maximum 0.003
4. Solubor ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O} \times \text{Na}_2\text{B}_{10}\text{O}_{16} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) for foliar spray. (ii)	(i) Content of Boron (as B) per cent by weight, minimum .. 19.0 Matter insoluble in water per cent by weight, maximum .. 1.0 (iii) Lead (as Pb) per cent by weight, maximum .. 0.003
9. Chelated Iron as Fe-EDTA	(i) Appearance—Free flowing crystalline/powder. (ii) Iron content (expressed as Fe), per cent by weight minimum in the form of Fe-EDTA .. 12.0 (iii) Lead (as Pb) per cent by weight maximum 0.003 (iv) pH 5.5—6.5

(2) Under the heading "Part-B. Tolerance limits in plant nutrient for various fertilisers", after serial number 4 and the entries relating thereto, the following serial numbers and entries shall be added, namely:—

5. For Borax, Chelated Zinc—EDTA and Chelated iron—EDTA .. 0.1
6. For Solubor, Copper Sulphate, Zinc Sulphate, Manganese Sulphate and ferrous sulphate .. 0.2
7. For ammonium molybdate .. 0.5

(3) In Schedule-II to the said Order, under the heading "Part-B. Method of analysis of fertilisers":

(i) Under sub-heading "7. Method of analysis of Zinc Sulphate, Agricultural Grade", for serial number (iii) and the entries relating thereto, the following serial number and entries shall be substituted, namely:—

"(iii) Determination of Zinc in Zinc Sulphate by modified EDTA titration method:—

(a) REAGENTS:

(1) E.D.T.A. Solution:

Dissolve and 3.72 g of Di-sodium Ethylene Diamine Tetra acetate dihydrate in distilled water and make up the volume to 1 litre.

(2) Standard Zinc metal solution:

Weigh about 1.0 g of zinc metal and record the weight accurately. Express this as

W. Add HC1 (1:1) @ of 20 ml per g of zinc metal. Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Make up the volume of the solution to exactly 1000 ml.

(3) *Ammonium Hydroxide (20%) (m/m)*.

(4) *Ammonium Chloride—AR grade salt*.

(5)\* *Sodium Cyanide—AR/GR grade salt*.

(6) *Eriochrome Black (T) indicator mixture*:

Mix thoroughly 1 g of Eriochrome Black (T) indicator with 100 g of AR Grade sodium chloride.

(7) *Formaldehyde—Acetic Acid Solution (4%)*:

Dissolve 100 ml of Formaldehyde (37—40%) in about 100 ml of distilled water. Add 40 ml glacial Acetic Acid and make volume to 1 litre with distilled water.

(8) *Hydroxylamine Hydrochloride*:

AR Grade solid salt.

*Note.—* Distilled water means glass distilled water.

\*To be used with extreme care.

#### (b) PROCEDURE:

(1) *Standardisation of EDTA Solution*:

(A) Take 10 ml of Zinc metal solution (standard).

(B) Add about 0.1 g of ammonium chloride and 30 ml of ammonium hydroxide solution (20%).

(C) Dilute it by adding about 30 ml distilled water.

(D) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(E) Titrate it with EDTA solution to obtain clear blue end point. Note the volume of EDTA used as  $V_1$  ml.

(2) *Estimation of Zinc in samples*:

(A) Weigh accurately 1.0 g of a given zinc sulphate sample and dissolve it in 100 ml of distilled water in a volumetric flask.

(B) Take 10 ml of aliquot in beaker. Add 0.1 g of hydroxylamine hydrochloride and 0.1 g of ammonium chloride.

(C) Cautiously add small quantity of sodium cyanide. White precipitate will appear. Continue adding sodium cyanide till white precipitate disappears while swirling the beaker with hand. Add about 0.5 g excess of sodium cyanide.

(D) Dilute it by adding about 30 ml of ammonium hydroxide (20%) and add about 30 ml of distilled water.

(E) Add a pinch of eriochrome black (T) indicator mixture. It will give red colour.

(F) Titrate with EDTA solution till there is a sharp change to violet colour. Note the volume of EDTA used as  $V_2$  (ml).

(G) Add 20 ml of Formaldehyde—acetic acid solution into above titrated solution and mix well. Red colour will reappear.

(H) Titrate it with EDTA solution to get blue end point without red tinge. Note the volume of EDTA used in second titration as  $V_3$  ml.

#### CALCULATION:

10

$$\text{Zinc \%} = \frac{10}{V_1} \times V_3 \times W$$

W = Weight in g of piece of Zinc metal taken for preparation of standard zinc solution.

$V_1$  = Volume of EDTA solution (in ml) used for 10 ml of Zinc metal solution.

$V_3$  = Volume of EDTA solution (in ml) used for second titration".

(2) After sub-heading "10. Alternative method of analysis of manganese sulphate, Agricultural Grade", and the serial number and entries thereto, the following sub-heading, serial numbers and entries shall be inserted, namely:—

**"11. Method of analysis of Borax (Sodium Tetraborate decahydrate fertiliser):**

**(i) Quality of reagents:**

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled water shall be used in tests.

**Note.—**'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis.

**(ii) Determination of Boron:**

**(A) Atomic absorption spectrophotometer method:**

**(a) Reagents:**

Standard Boron Solution—Weigh 44.095 g of sodium tetraborate decahydrate ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )—AR grade on clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 5000 ppm boron solution hereinafter called standard A. This solution should be stored in clean bottle for further use.

(2) **Preparation of working standards.**—Pipette the following volume of standard A in 50 ml numbered volumetric flasks and make the volume with water:—

Flask No.	Volume of standard A taken (ml)	Concentration of boron after making volume to 50 ml (ppm)
1.	0.0	0.0
2.	4.0	400
3.	6.0	600
4.	8.0	800
5.	10.0	1000
6.	12.0	1200
7.	14.0	1400
8.	16.0	1600

**(b) Procedure:**

(1) **Preparation of sample solution.**—Weigh 2.500 g of the material on a clean watch glass and transfer it quantitatively in a 250 ml volumetric flask through the funnel giving repeated washing with water. Make up the volume, stopper the flask and shake well.

(2) **Flaming the solutions.**—Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 249.8 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

**Calculations.**—Prepare a standard curve of known concentrations of boron solutions plotting the absorbance value on Y-axis against their respective boron concentration on X-axis. Calculate the percentage boron in the given sample by multiplying boron concentration value obtained from standard curve by 0.01.

**Example:**

Wt. of the fertiliser sample	.. 2.50 g
Volume made	.. 250 ml.
Dilution factor	.. $250 = 100$
	2.5

Reading of sample from atomic absorption=Y

Corresponding concentration value of boron from standard curve against Y absorbance=X  
X ppm percentage of boron in the sample=0.01 X.

**(B) Titrimetric method:**

(a) *Outline of the method.*—Borax is determined by first converting it to boric acid with hydrochloric acid and then titrating against sodium hydroxide solution after complexing boric acid with mannitol or sorbitol.

**(b) Reagents:**

- (1) Standard hydrochloric acid—0.5N.
- (2) Standard sodium hydroxide—1.0N
- (3) Methyl red indicator—Dissolve 0.1g of the material in 60 ml of rectified spirit and dilute with water to 100 ml.
- (4) Phenolphthalein indicator—Dissolve 1 g of the material in 100 ml of rectified spirit.
- (5) Mannitol or sorbitol.

**(c) Procedure:**

- (1) Dissolve 3.0 g of the material, accurately weighed in 60 ml of water and titrate with hydrochloric acid, using methyl red solution as indicator.
- (2) Boil and cool the solution.
- (3) Add 20 g of mannitol or sorbitol and titrate with sodium hydroxide, using phenolphthalein solution as indicator.

**Calculation:**

Boron content, per cent by weight= $1.08 W 19. N$ .

V=Volume in ml of standard sodium hydroxide used.

N=Normality of sodium hydroxide, and

W=Weight in g of the material taken for the test.

(Ref.—ISI—1109—1980)

**(iii) Determination of matter insoluble in water—**

Same as method No. 8 (vii)(a).

**(iv) Determination of pH:**

Dissolve 3.8 g of the material in water and make it to 100 ml. Measure the pH value of the solution with the help of suitable pH meter, using glass electrodes.

**(v) Determination of lead:**

Same as method No. 8 (v). Substitute zinc sulphate by borax.

**12. Method of Analysis of Copper Sulphate Fertiliser ( $Cu. SO_4 \cdot 5H_2O$ ).****(i) Quality of Reagents:**

Unless specified otherwise pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

**Note.**—'Pure chemicals' means chemicals which do not contain impurities which affect the results of analysis. Demineralised water, means the water obtained after

passing distilled water through a cation and anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determination of Copper:*

(A) *Atomic absorption Spectrophotometer method:*

(a) *Reagents.*—As specified in 8 (iv)(a) (1), (2) and (3).

(b) *Procedure:*

- (1) Weigh 0.25 g of the material on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washings with glass distilled water. Add one ml of 10 per cent sulphuric acid and make up the volume.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 500 ml volumetric flask and make up the volume. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flask. The flask should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) *Flaming the solutions.*—Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 324.8 mm using air-acetylene flame.

*Calculation:*

Prepare a standard curve of known concentrations of copper solution by plotting the absorbance values on Y-axis against their respective concentration values on X-axis.

$$\text{Per cent, Copper in sample} = \frac{10x}{W}$$

Where W=Weight in g of the material taken for test.

X=Conc. of copper (in ppm) as determined from the graph.

(B) *By iodometric titration method:*

(a) *Outline of the method:*

Copper is determined with the addition of potassium iodide and titrating the liberated iodine against standard sodium thiosulphate solution.

(b) *Reagents:*

- (1) Sodium carbonate—AR grade.
- (2) Potassium Iodide—AR Crystals.
- (3) Acetic Acid—AR grade.
- (4) Standard sodium thiosulphate solution—0.1N.
- (5) Starch indicator solution—Triturate 5 g of starch and 0.01 g of mercuric iodide with 30 ml of cold water and slowly pour it with stirring into one litre of boiling water. Boil for three minutes. Allow to cool and decant off the supernatant clear liquid.
- (6) Potassium thiocyanate crystals.

(c) *Procedure:*

- (1) Dissolve about 1 g of the test sample (accurately weighed), in 50 ml of water.
- (2) Add a pinch of sodium carbonate till a slight turbidity appears. Then add 5 ml of acetic acid, 3 g of potassium iodide and titrate the liberated iodine with sodium thiosulphate solution, using starch as an indicator, until only a faint blue colour remains.
- (3) Add about 2 g of potassium thiocyanate, shake and continue the titration until the blue colour disappears.

*Calculations:*

6.35.V.N.

Copper, per cent by mass =  $\frac{M}{V}$ Where  $V$  = Volume in ml of standard sodium thiosulphate solution. $N$  = Normality of standard thiosulphate solution, and $M$  = Mass in g of the sample taken for the test.

[Ref: IS-261 (1982)].

(iii) *Determination of lead (Pb):*

Same as method No. 8 (v).

Substitute Zinc Sulphate by Copper Sulphate.

(iv) *Determination of soluble Iron and Aluminium compounds (expressed as Fe).*

(a) Outline of the method—iron and aluminium are determined gravimetrically by precipitation with ammonium hydroxide.

(b) *Reagents:*

1. Concentrated nitric acid—AR grade.
2. Ammonium Chloride—AR grade.
3. Dilute ammonium hydroxide—approximately 15 per cent NH<sub>3</sub> (m/v).
4. Dilute Hydrochloric acid—33 per cent (m/v).

(c) *Procedure:*

- (1) Take 10 g of the test sample and add 25 ml of water, 2 ml of nitric acid and 5 g of ammonium chloride.
- (2) Make the solution alkaline by adding ammonium hydroxide solution.
- (3) keep it on a water bath until the precipitate has flocculated, keeping the solution alkaline by the addition of more ammonium hydroxide, if necessary.
- (4) Filter and wash the residue with dilute ammonium hydroxide.
- (5) Dissolve the residue in hot dilute hydrochloric acid.
- (6) Make the solution again alkaline by adding ammonium hydroxide and allow the precipitate to settle.
- (7) Filter and wash the residue with water.
- (8) Dry the residue, ignite and weigh till a constant mass is obtained.

*Calculation:*Soluble iron and aluminium compounds (as Fe) per cent by mass =  $\frac{70M_1}{M_2}$ Where  $M_1$  = Mass in g of the residue obtained; and $M_2$  = Mass in g of the sample taken for the test

(Ref: IS: 261—1982).

(v) *Determination of matter insoluble in water:*(a) *Reagents:*

- (1) Concentrated sulphuric acid—AR grade.

(b) *Procedure:*

Weigh accurately about 10 g of the test sample and dissolve in 100 ml of water. Add 3 ml of sulphuric acid and stir thoroughly at room temperature. Filter through a tared filter paper or tared Gooch or Sintered glass crucible (G. No. 4). Wash the residue with water till it is free from acid. Dry the filter paper or crucible in an oven maintained at a temperature of 105° to 110° C till constant mass is obtained.

*Calculation:*Insoluble matter, per cent by mass =  $\frac{M_1 \times 100}{M_2}$

Where  $M_1$  = mass in g of the residue obtained for the test.

$M_2$  = mass in g of the material taken for the test.

(vi) *Determination of pH.*

(a) *Procedure:*

Dissolve 5 g of the test sample in water and make up the volume to 100 ml. Determine of pH with glass electrodes using a suitable pH meter.

13. *Method of Analysis of Ferrous Sulphate:*  
(heptahydrate)  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}_2$

(i) *Quality of Reagents.*—Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

*Note.*—'Pure Chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the result of analysis. Demineralised water means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resin or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determination of Ferrous Iron:*

(a) *Outline of the method.*—Ferrous iron content is determined by titration with standard potassium permanganate solution.

(b) *Reagent:*

1. Dilute Sulphuric acid—4 N approximately.
2. Standardised Potassium permanganate solution—0.1 N.
3. Orthophosphoric acid.

(c) *Procedure:*

1. Weight accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve in water.
2. Add 1 to ml of dilute sulphuric acid and make up the solution to 250 ml in a volumetric flask.
3. Pipette out exactly 50 ml of the solution in a flask.
4. Add 10 ml of dilute sulphuric acid and 2 ml of Orthophosphoric acid and titrate with standard potassium permanganate solution.

*Calculation:*

Ferrous iron, per cent by weight =  $\frac{27.92 V}{W} \times 100$ .

Where  $V$  = Volume of standard potassium permanganate used.

$N$  = Normality of standard potassium permanganate solution.

$W$  = Weight in g of the material taken for the test.

(Ref: IS: 262—1982)

(iii) *Determination of total iron:*

(A) *Titrimetric method using potassium dichromate:*

(a) *Outline of the method.*—Total iron is determined by reducing ferric ion with stannous chloride and then titrating the total ferrous iron with standard potassium dichromate solution.

(b) *Reagents:*

- (1) Concentrated hydrochloric acid.

- (2) Stannous chloride solution—Dissolve 6.0 g of stannous chloride crystals ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) in 60 ml of concentrated hydrochloric acid and dilute with water to 100 ml. Keep this solution in stoppered bottle.
- (3) Mercuric chloride solution—Saturated.
- (4) Concentrated sulphuric acid.
- (5) Diphenylamine indicator—Dissolve 0.1 g of diphenylamine in 100 ml of concentrated sulphuric acid.
- (6) Standard potassium dichromate solution—1.0 N.

*(c) Procedure:*

- (1) Weigh accurately about 5 g of the prepared sample and dissolve it in water.
- (2) Add 1 to 2 ml of dilute sulphuric acid and make up the volume to 250 ml in a volumetric flask.
- (3) Take 50 ml aliquot of this solution and add 10 ml of concentrated hydrochloric acid and heat to boiling.
- (4) Reduce the iron by adding stannous chloride solution until the yellow colour of the ferric chloride disappears. Do not add more than 2 to 3 drops of stannous chloride in excess.
- (5) Cool the solution, add rapidly mercuric chloride solution and stir so that a white precipitate of mercurous chloride forms slowly, indicating that a slight excess of stannous chloride is present.
- (6) Allow to stand for 5 to 10 minutes, dilute to 150 to 200 ml and add 5 ml of phosphoric acid and 5 drops of diphenylamine indicator. Titrate with standard potassium dichromate solution until the colour of the solution changes to a deep blue which does not fade on stirring.

*Calculation:*

$$\text{Total iron, per cent by weight} = \frac{27.92 V.N.}{W}$$

Where  $V$ =Volume in ml of potassium dichromate used in titration.

$N$ =Normality of standard potassium dichromate solution, and

$W$ =Weight in g of the material present in the aliquot.

(Ref: IS: 262—1967).

*B. Atomic absorption spectrophotometer method:*

*(a) Reagents:*

- (1) Standard iron solution—(1000 ppm)—Weigh accurately 1 g pure iron wire and put it in approximately 30 ml 6  $\text{N}\text{HCl}$ , in a beaker and boil. Transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to the beaker and funnel with glass distilled water. Make the volume up to the mark. Stopper the flask and shake the solution well. This is 1000 ppm iron solution.
- (2) Glass distilled or mineralised water of  $\text{pH } 2.5 \pm 0.5$ .
- (3) Preparation of working standards—pipette 10 ml iron stock solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume. This is 100 ppm iron solution.

Pipette the following volumes of 100 ppm iron solution in 50 ml numbered volu-

metric flask and make the volume with acidified water:—

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of iron after making volume to 50 ml (ppm)
1.	0.0	0.0
2.	1.0	2.0
3.	2.0	4.0
4.	3.0	6.0
5.	4.0	8.0
6.	5.0	10.0
7.	6.0	12.0
8.	7.0	14.0
9.	8.0	16.0
10.	9.0	18.0
11.	10.0	20.0

Stopper the flask and shake the solution well.

(b) *Procedure:*

- (1) Preparation of ferrous sulphate fertiliser sample: Weigh exactly 1.000 g of the material on a clean watch glass and transfer it to a one litre volumetric flask through the funnel giving repeated washing with acidified water and dissolve the material by shaking well. Make the volume up to the mark with acidified water and shake well.
- (2) Take 5 ml of the prepared solution in 100 ml volumetric flask and make up the volume with acidified water. Shake the solution well and filter through Whatman No. 42 filter paper in dry clean flasks. The flasks should be rinsed with a 10 to 15 ml of the filtrate and then continue filtration.
- (3) Flaming the solutions—Flame the standards and the filtered sample on atomic absorption spectrophotometer at a wave length of 248.3 nm using clean air acetylene flame.

*Calculation:*

Prepare a standard curve of known concentrations of iron solutions by plotting the absorbance value on Y-axis against their respective iron concentrations on X-axis. Determine the concentration of iron in the sample solution from the graph.

$$\text{Total iron \%} = \frac{2X}{W}$$

Where  $X$  = Concentration of Fe (in ppm) obtained from the standard curve.  
 $W$  = Weight in g of the material taken for the test.

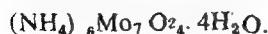
- (iv) *Determination of ferric iron.*—Subtract the value of Ferrous iron per cent from total iron per cent to obtain the Ferric iron per cent in the sample.  
 (Re: IS: 262—1967).

(v) *Determination of pH*—Dissolve 5.0 g of the sample in 100 ml of freshly boiled and cooled water and determine the pH by means of a pH meter using glass electrode.

(vi) *Determination of matter insoluble in water*—Same as method No. 8 (vii).

(vii) *Determination of lead*—Same as method No. 8 (v), substitute Zinc sulphate by ferrous sulphate.

14. *Method of analysis of ammonium molybdate:*



(i) *Quality of Reagents:*

Unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

*Note.*—'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

(ii) *Determination of Molybdenum:*(A) *Atomic Absorption spectrophotometer method:*(a) *Reagents:*

- (1) Potassium Sulphate—Dissolve 25 g of AR Potassium sulphate in 1 litre of distilled water.
- (2) Standard molybdenum solution—Weigh 1.5 g of molybdenum trioxide ( $\text{Mo O}_3$ ) and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to beaker and funnel with glass distilled water. Make up the volume upto the mark. This is 1000 ppm standard molybdenum solution.
- (3) Preparation of working standards—Pipette the following volume of 1000 ppm standard Mo solution in 100 ml numbered volumetric flasks. Add 20 ml of potassium sulphate solution to each flask and make up the volume to 100 ml. Stopper the flask and shake them well:—

Flask No.	Volume of 1000 ppm Mo solution taken (ml)	Volume of Potassium sulphate added (ml)	Concentration of molybdenum after making the volume to 100 ml (ppm)
1.	0.0	20.0	0
2.	2.0	20.0	20
3.	3.0	20.0	30
4.	4.0	20.0	40
5.	5.0	20.0	50
6.	6.0	20.0	60

(b) *Procedure:*

- (1) Preparation o Ammonium Molybdate fertiliser sample: Weigh exactly 0.1 g of the flash through material on the clean watch glass and transfer it to a 100 ml volumetric funnel giving repeated washings and dissolve the material by shaking well. Make the volume upto the mark.
- (2) Take 10 ml of the prepared solution in a 100 ml volumetric flask, add 20 ml of potassium sulphate solution and make the volume upto the mark.
- (3) Flaming the solution: Flame the standards and the filtered samples on an atomic absorption spectrophotometer at a wavelength of 313.3 nm using nitrous oxide-acetylene flame.

*Calculation:*

Prepare a standard curve of known concentration of molybdenum solution by plotting the absorbance value on Y—axis against their respective molybdenum concentration on X—axis.

X

Per cent of Mo =  
10W

Where X=Concentration of molybdenum (ppm) as obtained from the calibration curve.

W=Weight in g of the material taken for the test.

(B) *Colorimetric method for determination of molybdenum:*

(a) *Outline of the method:*

Molybdenum (vi) in acid solution when treated with stannous chloride (best in the presence of a little ferrous iron) is converted largely into molybdenum (v). This forms a complex with thiocyanate iron, probably largely Mo (SCN), which is red in colour. The latter may be extracted with solvents possessing donor oxygen atoms (3-Methylbutanol is preferred). The colour depends upon the acid concentration (optimum concentration 1M) and the concentration of thiocyanate iron 1.0 per cent, but colour intensity is constant in the range 2-10 per cent); it is little influenced by excess of stannous chloride. The molybdenum complex has maximum absorption at 465 nm.

(b) *Apparatus:*

1. Photometer—Any suitable photoelectric colorimeter.

(c) *Reagents:*

1. Standard molybdenum solution—(0.001 per cent molybdenum)—weigh 0.184 of A.R. Ammonium molybdate  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7 \text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 10 ml of this solution into 100 ml. volumetric flask and make the volume upto the mark. This gives 0.001 per cent Mo solution.
  2. Ferrous Ammonium Sulphate—Dissolve 10 g of AR ferrous ammonium sulphate salt in 100 ml of very dilute  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .
  3. Stannous chloride solution—Dissolve 10 g of AR stannous chloride dihydrate in 100 ml of 1 M-hydrochloric acid.
  4. Potassium thiocyanate solution—Dissolve 10 g of AR potassium thiocyanate salt in 100 ml of distilled water.
  5. Iso-amyl alcohol.
- (d) Preparation of Sample—Weigh 0.1 g of sample on a clean watch glass and transfer it to one litre volumetric flask, through the funnel giving several washings to watch glass and funnel with glass distilled water. Make the volume upto the mark. Pipette out 5 ml of this solution into a 100 ml of volumetric flask and make up the volume upto the mark.

(e) *Procedure:*

- (1) Place 1.0, 2.0, 3.0, 4.0 and 5.0 ml of the 0.001 per cent molybdenum solution (containing 0.01 mg, 0.02 mg, 0.03 mg, 0.04 mg and 0.05 mg molybdenum) severally in 50 ml capacity separating funnels and diluting each with an equal volume of water.
- (2) Add to each funnel 2.0 ml of conc. HC 1, 1.0 ml of ammonium ferrous sulphate and 3.0 ml of the potassium thiocyanate solution.
- (3) Shake gently and then introduce 3.0 ml of the stannous chloride solution.
- (4) Add water to bring the total volume in each separating funnel to 25 ml and mix.
- (5) Pipette 10 ml of redistilled 3-methylbutanol (iso-amylalcohol) into each funnel and shake individually for 30 seconds.
- (6) Allow the phases to separate and carefully run out the lower aqueous layer.
- (7) Remove the glass stopper and pour the alcoholic extract through small plug of purified glass wool in a small funnel and collect the organic extract in a 1.0 cm absorption cell.

- (8) Measure the absorbance at 465 nm in a spectrophotometer against a 3-methyl-butanol blank.
- (9) Plot absorbance against concentration of standard molybdenum solutions and draw the calibration curve.
- (10) Take 10 ml of the sample solution and determine the absorbance of it by subjecting it to the same treatment as the standard solutions, using calibration curve, determine the corresponding concentration of molybdenum in the sample solution.

***Calculation:***

$$\frac{\% \text{ Mo}}{Y. \text{ W.}} = \frac{2000.X}{}$$

Where X = Concentration of molybdenum (in mg) of the test solution.

Y = Volume of sample solution taken for the test.

W = Wt. in g of the material taken for the preparation of the sample solution.

(Ref: Vogel's Text Book of Quantitative analysis)

***(iii) Determination of matter insoluble in water:******(a) Procedure:***

Dissolve 25.0 g of the material in 125 ml of water. Filter through a weighed and prepared Gooch crucible or sintered glass crucible (G. No. 4) and wash the residue thoroughly with water. Dry the crucible at  $110^{\circ} + 8^{\circ}$  to constants mass.

***(b) Calculation:***

Matter insoluble in water per cent by weight =  $4A$

Where A = Weight in g of the residue.

***(iv) Determination of lead:***

Same as per method No. 8(v). Substitute zinc sulphate by ammonium molybdate.

***15. Method of Analysis of Chelated Zinc (As Zn—EDTA):******(i) Reagents:***

- (a) EDTA Solution—[0.05M—Dissolve 18.612 g of disodium ethylene diamine tetra-acetate dihydrate (EDTA)] in distilled water and make up the volume to 1 litre.
  - (b) Standard zinc solution (1000 ppm) weigh accurately 1.0 g of zinc metal in a beaker. Add 20 ml HCl (1:1). Keep it for few hours and allow it to dissolve completely. Transfer the solution to 1 litre volumetric flask. Make the volume upto the mark.
  - (c) Concentrated Ammonia solution (sp. gr. 0.88).
  - (d) Ammonium Nitrate—AR grade salt.
  - (e) Buffer solution [(pH)-10]—Dissolve 8.0 g AR grade ammonium nitrate in 60 ml of water and add 35 ml of concentrated ammonia solution (sp. gr.—0.88).
  - (f) Eriochrome black (T) indicator mixture—mix thoroughly 1 gm of eriochrome black (T) indicator with 100 gm of AR grade potassium nitrate.
  - (g) Hydroxylamine hydrochloride—AR grade.
  - (h) Potassium cyanide—AR grade (to be used with extreme care) 15% aq. solution.
  - (i) Manganese sulphate solution—Dissolve 11.15 g of AR grade manganese sulphate in 1 litre of distilled water.
  - (j) Sodium Fluoride AR grade.
- (ii) Preparation of sample solution—Weigh accurately 1.0g of the sample and transfer it to 100 ml volumetric flask. Make up the volume with distilled water. Keep it overnight.

***(iii) Procedure:***

- (a) Standardisation of EDTA solution:
  - (i) Take 10 ml of zinc solution (standard).

- (2) Dilute it by adding 30 ml distilled water.
- (3) Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
- (4) Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as  $V_1$  ml.

*(b) Standardisation of manganese sulphate solution:*

- (1) Take 25 ml of manganese sulphate solution.
- (2) Dilute it by adding 100 ml distilled water.
- (3) Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride and 10 ml of buffer solution.
- (4) Add 30-40 mg of indicator mixture.
- (5) Titrate with EDTA solution till clear blue end point is obtained. Note the volume of EDTA used as  $V_2$  ml.

*(c) Determination of EDTA constant of Zn—EDTA fertiliser:*

- (1) Take 10 ml of sample solution.
- (2) Dilute it by adding 100 ml of distilled water.
- (3) Add 0.25 g of hydroxylamine hydrochloride.
- (4) Add 10 ml of buffer solution and 30-40 mg of indicator mixture.
- (5) Warm to 40°C and titrate with standard EDTA solution (preferably stirring magnetically) to clear blue end point. Note the volume of EDTA used as  $V_3$  ml.
- (6) After the end point, add 2.5 g of sodium chloride and stir for one minute.
- (7) Titrate the solution with standard manganese sulphate solution, slowly, till a permanent red colour is obtained. Note the volume of manganese sulphate added as  $V_4$  ml.
- (8) Stir for 1 minute.
- (9) Titrate the excess of manganese ions with EDTA solution until the colour changes to pure blue. Note the volume of EDTA used as  $V_5$  ml.
- (10) After the second end point (step 9) add 4-5 ml of 15% aqueous potassium cyanide solution.
- (11) Titrate it with manganese sulphate solution till colour changes sharply from blue to red. Note the volume of manganese sulphate added as  $V_6$  ml.

*Calculation:*

Molarity of EDTA solution ( $M_1$ ) = Molarity of standard zinc solution  $\times$  volume of standard zinc solution taken

Volume of EDTA used ( $V_1$ ).

Molarity of standard manganese sulphate solution ( $M_2$ ) =

$$M_1 V_1$$

Volume of standard manganese sulphate solution taken Nos. of millimoles of EDTA used in titrating Zn+other metals (A) =  $M_1 V_3$ .

No. of millimoles of EDTA liberated by sodium fluoride (B) =  $M_1 V_4 - M_1 V_5$ .  
Hence Nos. of millimoles of EDTA used for titrating zinc (C) = A - B  
But Nos. of millimoles of EDTA liberated by KCN (D) =  $M_1 V_6$ .

Hence No. of millimoles of EDTA contained by Zn—EDTA.

Sample = D - C.

EDTA per cent =  $372.24 \times (D - C)$

Per cent of magnesium in the sample =  $24.31 \times B$

Per cent of free zinc =  $65.38 \times C$ .

Per cent Zn chelated with EDTA = 65.38 (D-C).

(Ref: Vogal's Text Book of Quantitative Inorganic Analysis).

### 16. Method of Analysis of Chelated Iron (As Fe—EDTA):

(i) Quality of reagents—unless specified otherwise, pure chemicals and glass distilled or demineralised water shall be used in tests.

**Note.**—'Pure chemicals' means chemicals that do not contain impurities which affect the results of analysis. 'Demineralised Water' means the water obtained after passing distilled water through a cation and an anion exchange resins or a combined cation-anion exchange resin.

#### (ii) Determination of chelated iron:

##### (a) Reagents:

(1) Sodium hydroxide solution—0.5 N, dissolve 20 g Na OH in water and dilute to 1 litre.

(2) Disodium EDTA solution—0.66%, dissolve 0.73 g of  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in water and dilute to 100 ml.

(3) Iron standard solution—

(A) Stock solution—(1000 ppm). Dissolve 1.000 g pure Fe wire in approximately 30 ml 6 N H Cl with boiling.

Dilute to 1 litre in a volumetric flask with distilled water.

(B) Intermediate solution—(100 ppm). Pipette 10 ml iron stock solution and 10 ml  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{EDTA}$  solution in 100 ml volumetric flask and dilute to volume.

(C) Working solution—Pipette the following volumes of 100 ppm intermediate solution in 50 ml numbered volumetric flask and make the volume with 0.5 N HCl:—

Flask No.	Volume of 100 ppm standard iron solution taken (ml)	Concentration of Fe after making volume to 50 ml (ppm)
1.	1.0	2.0
2.	2.0	4.0
3.	3.0	6.0
4.	4.0	8.0
5.	5.0	10.0
6.	6.0	12.0
7.	7.0	14.0
8.	8.0	16.0
9.	9.0	18.0
10.	10.0	20.0

(b) Apparatus—Atomic Absorption Spectrophotometer—with air/acetylene flame.

##### (c) Procedure:

###### (1) Preparation of sample solution:

(A) Weigh sample containing approximately 40 mg Fe into 200 ml tall form beaker.

(B) Wet with 2-3 drops of alcohol and dissolve in 100 ml of water

(C) Add 4 drops of 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$ , mix and adjust pH of solution to 8.5 with 0.5 N NaOH. If pH drifts above 8.8, discard solution and repeat analysis.

(D) Transfer solution to 200 ml volumetric flask, dilute to volume with water and mix.

(E) Filter solution through quantitative paper.

(F) Pipette 10 ml filtrate into 200 ml volumetric flask and dilute to volume with 0.5 N HCl.

*(2) Flaming the solution:*

Flame the standards and the sample solution on atomic absorption spectrophotometer at wavelength of 248.3 nm using air acetylene flame. In same manner determine Fe blank on all reagents used.

The 100% of the iron in the sample must be determined by atomic absorption spectrophotometry.

*(iii) Calculation:* A standard curve of known concentration of Fe solution by plotting the absorbance value on Y axis against their respective Fe concentration on X axis.

$$\text{Chelated Iron \%} = \frac{(\text{ppm Fe in sample} - \text{ppm Fe in blank})}{\times 0.4 \text{ g}}$$

(Ref. Method of analysis AOAC, 1984).

(iii) Determination of pH

As per Method No. 8 (vi)(a).

sample

blank

total

Fe

total